

PCT

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE
COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL
APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

YANAGIHARA, Shigeru
Suite 503, Nishishinbashi Chuo
Bldg., 15-8, Nishishinbashi 3-chome
Minato-ku, Tokyo 105-0003
JAPON

RECEIVED

FEB. 25. 2002

YANAGIHARA
&
ASSOCIATES

Date of mailing (day/month/year)

14 February 2002 (14.02.02)

Applicant's or agent's file reference

F000029

IMPORTANT NOTICE

International application No.

PCT/JP01/06724

International filing date (day/month/year)

06 August 2001 (06.08.01)

Priority date (day/month/year)

07 August 2000 (07.08.00)

Applicant

MITSUI CHEMICALS, INC. et al

1. Notice is hereby given that the International Bureau has **communicated**, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this notice:
KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:
CN,EP,ID,IN,JP,SG

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on
14 February 2002 (14.02.02) under No. WO 02/12969

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a **demand for international preliminary examination** must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination (at present, all PCT Contracting States are bound by Chapter II).

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the **national phase**, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and the PCT Applicant's Guide, Volume II.

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

J. Zahra

Telephone No. (41-22) 338.91.11

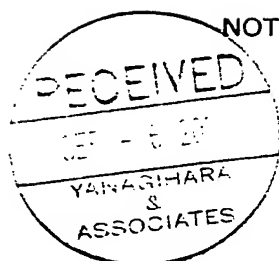
PATENT COOPERATION TREATY

PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

YANAGIHARA, Shigeru
Suite 503, Nishishinbashi Chuo
Bldg., 15-8, Nishishinbashi 3-chome
Minato-ku, Tokyo 105-0003
JAPON

NOTIFICATION OF RECEIPT OF
RECORD COPY

(PCT Rule 24.2(a))

Date of mailing (day/month/year) 29 August 2001 (29.08.01)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference F000029	International application No. PCT/JP01/06724

The applicant is hereby notified that the International Bureau has received the record copy of the international application as detailed below.

Name(s) of the applicant(s) and State(s) for which they are applicants:

MITSUI CHEMICALS, INC. (for all designated States except US)
MITANI, Toshiharu et al (for US)

International filing date : 06 August 2001 (06.08.01)
Priority date(s) claimed : 07 August 2000 (07.08.00)
Date of receipt of the record copy
by the International Bureau : 17 August 2001 (17.08.01)
List of designated Offices :

EP : DE, FR, GB
National : CN, ID, IN, JP, KR, SG, US

ATTENTION

The applicant should carefully check the data appearing in this Notification. In case of any discrepancy between these data and the indications in the international application, the applicant should immediately inform the International Bureau.

In addition, the applicant's attention is drawn to the information contained in the Annex, relating to:

- ☒ time limits for entry into the national phase
☒ confirmation of precautionary designations
☒ requirements regarding priority documents

A copy of this Notification is being sent to the receiving Office and to the International Searching Authority.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Authorized officer: Masashi HONDA Telephone No. (41-22) 338.83.38
--	---

INFORMATION ON TIME LIMITS FOR ENTERING THE NATIONAL PHASE

The applicant is reminded that the "national phase" must be entered before each of the designated Offices indicated in the Notification of Receipt of Record Copy (Form PCT/IB/301) by paying national fees and furnishing translations, as prescribed by the applicable national laws.

The time limit for performing these procedural acts is **20 MONTHS** from the priority date or, for those designated States which the applicant elects in a demand for international preliminary examination or in a later election, **30 MONTHS** from the priority date, provided that the election is made before the expiration of 19 months from the priority date. Some designated (or elected) Offices have fixed time limits which expire even later than 20 or 30 months from the priority date. In other Offices an extension of time or grace period, in some cases upon payment of an additional fee, is available.

In addition to these procedural acts, the applicant may also have to comply with other special requirements applicable in certain Offices. **It is the applicant's responsibility** to ensure that the necessary steps to enter the national phase are taken in a timely fashion. Most designated Offices do not issue reminders to applicants in connection with the entry into the national phase.

For detailed information about the procedural acts to be performed to enter the national phase before each designated Office, the applicable time limits and possible extensions of time or grace periods, and any other requirements, see the relevant Chapters of Volume II of the PCT Applicant's Guide. Information about the requirements for filing a demand for international preliminary examination is set out in Chapter IX of Volume I of the PCT Applicant's Guide.

GR and ES became bound by PCT Chapter II on 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, and may, therefore, be elected in a demand or a later election filed on or after 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, regardless of the filing date of the international application. (See second paragraph above.)

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

CONFIRMATION OF PRECAUTIONARY DESIGNATIONS

This notification lists only specific designations made under Rule 4.9(a) in the request. It is important to check that these designations are correct. Errors in designations can be corrected where precautionary designations have been made under Rule 4.9(b). The applicant is hereby reminded that any precautionary designations may be confirmed according to Rule 4.9(c) before the expiration of 15 months from the priority date. If it is not confirmed, it will automatically be regarded as withdrawn by the applicant. There will be no reminder and no invitation. Confirmation of a designation consists of the filing of a notice specifying the designated State concerned (with an indication of the kind of protection or treatment desired) and the payment of the designation and confirmation fees. Confirmation must reach the receiving Office within the 15-month time limit.

REQUIREMENTS REGARDING PRIORITY DOCUMENTS

For applicants who have not yet complied with the requirements regarding priority documents, the following is recalled.

Where the priority of an earlier national, regional or international application is claimed, the applicant must submit a copy of the said earlier application, certified by the authority with which it was filed ("the priority document") to the receiving Office (which will transmit it to the International Bureau) or directly to the International Bureau, before the expiration of 16 months from the priority date, provided that any such priority document may still be submitted to the International Bureau before that date of international publication of the international application, in which case that document will be considered to have been received by the International Bureau on the last day of the 16-month time limit (Rule 17.1(a)).

Where the priority document is issued by the receiving Office, the applicant may, instead of submitting the priority document, request the receiving Office to prepare and transmit the priority document to the International Bureau. Such request must be made before the expiration of the 16-month time limit and may be subjected by the receiving Office to the payment of a fee (Rule 17.1(b)).

If the priority document concerned is not submitted to the International Bureau or if the request to the receiving Office to prepare and transmit the priority document has not been made (and the corresponding fee, if any, paid) within the applicable time limit indicated under the preceding paragraphs, any designated State may disregard the priority claim, provided that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Where several priorities are claimed, the priority date to be considered for the purposes of computing the 16-month time limit is the filing date of the earliest application whose priority is claimed.



PATENT COOPERATION TREATY

PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

YANAGIHARA, Shigeru
Suite 503, Nishishinbashi Chuo
Bldg., 15-8, Nishishinbashi 3-chome
Minato-ku, Tokyo 105-0003
JAPON

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

Date of mailing (day/month/year) 26 October 2001 (26.10.01)	
Applicant's or agent's file reference F000029	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/JP01/06724	International filing date (day/month/year) 06 August 2001 (06.08.01)
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 07 August 2000 (07.08.00)
Applicant MITSUI CHEMICALS, INC. et al	

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
07 Augu 2000 (07.08.00)	2000-244026	JP	21 Sept 2001 (21.09.01)

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Tessadel PAMPLIEGA *TGP*

Telephone No. (41-22) 338.83.38

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002年2月14日 (14.02.2002)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/12969 A1

(51) 国際特許分類: G05B 13/02, G01N 1/00, 21/27, 21/35, G01J 3/42, G08G 63/78, C08F 2/00, C07C 37/08

(MITANI, Toshiharu) [JP/JP]. 鶴岡正己 (TSURUOKA, Masami) [JP/JP]. 三好保男 (MIYOSHI, Yasuo) [JP/JP]; 〒740-0061 山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号 三井化学株式会社内 Yamaguchi (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/06724

(22) 国際出願日: 2001年8月6日 (06.08.2001)

(74) 代理人: 柳原 成 (YANAGIHARA, Shigeru); 〒105-0003 東京都港区西新橋三丁目15番8号 西新橋中央ビル503号 Tokyo (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(81) 指定国 (国内): CN, ID, IN, JP, KR, SG, US.

(30) 優先権データ:
特願2000-244026 2000年8月7日 (07.08.2000) JP

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (DE, FR, GB).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三井化学株式会社 (MITSUI CHEMICALS, INC.) [JP/JP]; 〒100-6070 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号 Tokyo (JP).

添付公開書類:
一 国際調査報告書

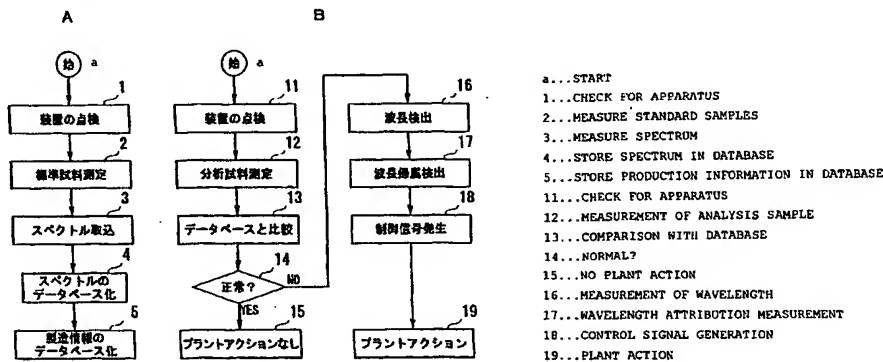
(72) 発明者: および

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 三谷敏治

(54) Title: PRODUCTION CONTROL METHOD

(54) 発明の名称: 製造制御方法



(57) Abstract: A production control method for controlling a production process with high precision by a simple operation according to the results of a simple near-infrared absorption analysis with high precision, wherein the absorption spectra of reference samples in an analysis region including the near-infrared region are measured, the average intensities at selected wavelengths and the standard deviation are calculated and stored in a database, the absorption spectrum of an analysis sample in the analysis region is measured and compared with the absorption spectra stored in the database, whether or not the intensity of the absorption spectrum of the analysis sample is within an allowance determined on the basis of the standard deviation of the reference samples is judged, the wavelength at which the spectrum has an intensity out of the allowance, if any, is compared with the production information contained in a database previously created to create control data, the control data is inputted to the production process, and the production process is controlled so as to produce a product where the intensity is within the allowance.

[続葉有]

WO 02/12969 A1



(57) 要約:

簡単な方法により精度よく近赤外吸収分析を行い、上記により得られる分析結果に基づいて、簡単な操作により精度よく製造工程の制御を行うことができる製造制御方法であって、複数の標準試料について近赤外領域を含む分析領域の吸収スペクトルを得、選択波長について平均強度および標準偏差を算出してデータベース化し、分析試料について上記分析領域の吸収スペクトルを得てデータベースと比較し、分析試料の吸収スペクトルの強度が、データベース化された標準試料の標準偏差に基づいて決められる許容値の範囲内かどうかを判定し、許容値の範囲外の強度を示す波長を含む場合、範囲外の強度を示す波長を、予めデータベース化した製造情報と対比して制御データを得、得られた制御データを製造工程に入力して許容値の上記範囲内の製品が得られるように制御する。

明 細 書

製造制御方法

5 技術分野

本発明は近赤外吸収分析方法（近赤外分光分析方法）により試料を分析し、製造工程の運転制御を行う製造制御方法に関するものである。

背景技術

- 10 化学品、食品、農産物等の分析方法として近赤外吸収分析があり、この方法により成分、特性等を分析し、製造工程の運転制御が行われている。化学工業の分野においては、化学品の製造を制御する際、原料、溶媒、水分、中間品、製品、副生物等を近赤外分析により分析し、その測定値に基づいてプラント制御を行うことが提案されている。従来の近赤外吸収分析は、特定領域の近赤外吸収ス
- 15 ペクトル（以下、近赤外スペクトルという場合がある）を測定し、このスペクトルに含まれる特定の波長の吸光度の組合せから、予め作成した検量線に基づいて目的とする成分、特性等が算出され、測定値（予測値）が求められている。

- 一般的な近赤外吸収法の使用例は、従来分析法による分析結果と近赤外吸収法による相関のある波長域のスペクトルを用いて相関式（検量線）を作成して、定
- 20 量値の予測をする方法が用いられている。この定量値はあくまで検量線から求めた予測値である。ところが近赤外の特徴（弱点）としては、水分、温度（品温）等の影響でスペクトルがシフトすることが起こる。このことは、測定対象の成分、物性等が変動しなくても、恰も、成分濃度、物性が増減したかのような挙動を示す。このような誤った結果で、プラントの運転をすると規格を外れた製品を製造
- 25 することとなる。

すなわち近赤外スペクトルの特徴は、特定の成分について特定の性状、特定の測定条件では特定の吸収スペクトルが得られるが、濃度、粒度、温度等の特性ないし条件が変化すると、吸収ピークの高さや位置が変化することがあり、また共存成分の吸収ピークとの干渉により異なるスペクトルが得られることがある。こ

のように近赤外スペクトルには複数の成分の情報が含まれており、このようなスペクトルから統計的手法により検量線（相関式）を作成し、この検量線に基づいて分析が行われる。

検量線作成は所定の組成、特性を有する標準試料を複数個採取して一般分析と
5 近赤外分析を行い、線形重回帰分析（MLR）、部分的最小二乗法（PLS）等の統計的手法によって相関式が求められている。近赤外スペクトルは多数の吸収ピークが現れるが、あまり多くの説明変数（使用波長）を用いると、検量線がオーバーフィッティング（過剰適合）となって信頼性が下がるため、説明変数は通常MLRでは2～5、PLSでは10前後とされている。

10 近赤外領域の800～2500nmの波長領域を使って成分濃度、物性値を求める方法として、現在使用している分析装置、物性測定装置で得られた結果と相関のある近赤外スペクトル波長を選択して相関式を求め、近赤外法の予測値を求める手法が一般的である。ところが近赤外領域は800～2500nmとされるが、このような広範囲の波長領域から2～5あるいは10前後の波長を選択し、
15 検量線を作成して予測値を得ても、あくまで限られた波長での情報に過ぎない。このためサンプル（プロダクト）の全容或いは微妙な変化を把握することは困難である。特に、検量線を作成できないケースでは有効な方法とは言えない。

1. サンプルの濃度、物性変化が少ないケース

2. サンプルが経時変化をするケース

20 上記については、検量線を作成することが困難である。

本発明の目的は、検量線を用いることなく、簡単な方法により精度よく近赤外吸収分析を行い、これより得られる分析結果に基づいて、簡単な操作により精度よく製造工程の制御を行うことができる製造制御方法を提案することである。

25 発明の開示

本発明は次の製造制御方法である。

（1） 製造工程から得られる複数個の標準試料について近赤外領域を含む分析領域の吸収スペクトルを得、

上記分析領域に含まれるスペクトルから選択される選択波長について、標準試

料の平均強度（標準平均強度）および標準偏差を算出してデータベース化し、

製造工程から得られる分析試料について上記分析領域の吸収スペクトルを得、
得られた吸収スペクトルをデータベースと比較し、

上記選択波長における分析試料の吸収スペクトルの強度（分析強度）の標準平

5 均強度に対する偏差（分析偏差）を求め、

分析試料の吸収スペクトルの分析偏差が許容値の範囲外の分析強度を示す波長
を含む場合、範囲外の分析偏差を示す波長を、予めデータベース化した製造情報
と対比して制御データを得、

得られた制御データを製造工程に入力して許容値の範囲内の製品が得られるよ
10 うに制御する製造制御方法。

（２） データベース化された製造情報が、選択波長に対応する成分情報であ
る上記（１）記載の方法。

（３） 分析強度の標準平均強度に対する偏差（分析偏差）が、データベース
化された標準試料の標準偏差に基づいて決められる許容値の範囲内かどうかを判
15 定する上記（１）または（２）記載の方法。

（４） 分析領域が 800 nm～2500 nm である上記（１）ないし（３）
のいずれかに記載の方法。

（５） 分析領域が 400 nm～2500 nm である上記（４）記載の方法。

（６） 選択波長の間隔が 10 nm 以下である上記（１）ないし（５）のい
20 ずれかに記載の方法。

（７） 選択波長の間隔が 2 nm 以下である上記（６）記載の方法。

（８） 吸収スペクトルが微分処理したものである上記（１）ないし（７）の
いずれかに記載の方法。

（９） 吸収スペクトルが 2 次微分処理したものである上記（８）記載の方法。

25 （１０） 複数の種類の標準試料をそれぞれ複数個用いて、種類ごとに標準平
均強度および標準偏差を算出してデータベース化する上記（１）ないし（９）の
いずれかに記載の方法。

（１１） 複数の分析試料について吸収スペクトルを得、選択波長における分
析試料の平均強度（分析平均強度）の標準平均強度に対する偏差を求める上記（１）

ないし(10)のいずれかに記載の方法。

本発明において制御の対象とする製造工程は化学品、食品その他の製品を製造する工程である。特に化学品、例えばポリオレフィン、ポリエステル、フェノール等の製造工程が好ましい。本発明では原料、溶媒、水分、中間品、製品、副生

5 品等から得られる分析試料を近赤外吸収分析してそれらの成分、特性等の測定値を得、その測定値に基づいて製造工程の原料、溶媒、水分等の供給量や温度、圧力その他の製造条件などを制御し所定の品質の製品を得るように制御を行う。

本発明の近赤外吸収分析方法では、まず製造工程から得られる複数個の標準試料から近赤外領域を含む分析領域の吸収スペクトルを得る。標準試料は製造工程

10 から得られる中間品、製品のうち合格品とされる試料を種類ごとに複数個用いて、それぞれの吸収スペクトルを得る。ここで種類とは、製造の銘柄ごとに決められる成分、物性等の違いにより分類されるもので、これらの違いに応じて製造条件も異なる。本発明では複数の種類の標準試料をそれぞれ複数個用い、それぞれにつき吸収スペクトルを得るのが好ましい。標準試料の数は多いほど正確な分析が

15 行えるが、一般的には1種類につき20～30個程度とすることができる。

分析領域は近赤外領域の場合800～2500nmであるが、その一部でもよく、また近赤外領域の他に可視光領域および/または赤外領域を含んでいてもよい。可視光領域および近赤外領域を含む場合400～2500nmとすることができる。近赤外領域は試料の成分、物性等の情報を含むが、可視光領域は色に関する情報を含んでおり、製品の色に関する分析および制御を行う場合は可視光領域を含むのが好ましい。吸収スペクトルはこのような分析領域につき連続的に吸収強度を測定して形成するのが好ましいが、次に述べる選択波長の吸収強度を測定して吸収スペクトルを形成してもよい。

20

本発明ではこうして得られる吸収スペクトルから選択される選択波長について平均強度(標準平均強度)および標準偏差を算出してデータベース化する。選択波長は間隔をおいて複数の波長が選択されるのが好ましく、特に一定間隔をおいて複数の波長が選択されるのが好ましい。選択波長の間隔は10nm以下、好ましくは2nm以下とすることができる。このような選択波長は分析領域の全領域

25

にわたって選択するのが好ましいが、不要部分がある場合にはその部分を省略することもできる。標準平均強度は種類ごとに各選択波長における複数の標準試料の吸収スペクトルの強度を好ましくは代数的に平均化して求め、標準偏差は標準平均強度に対する各強度の偏差から計算により求められる。

- 5 このような標準平均強度と標準偏差の算出は、標準仕様から得られる原スペクトルから直接行ってもよいが微分処理、特に2次微分処理したスペクトルから算出するのが好ましい。近赤外吸収スペクトルは水分等の影響でベースラインが長波長側で上昇し、また複数のピークが重なって表示されるが、微分処理したスペクトルはベースラインがフラット化して水平方向となる。特に2次微分処理した
- 10 スペクトルはピークが反転するが、小ピークが強調され、重なった複数のピークが分離して表示されるので好ましい。このような微分処理したスペクトルを用いて平均強度および標準偏差を求め、これらをコンピュータに入力してデータベース化する。このようなデータベースは標準試料の種類ごとに作成する。

- このようにして得られたデータベースを用いて分析試料の分析を行う。分析試
- 15 料は製造工程から得られる試料であり、この分析試料を分析するため、特に分析試料が合格品であるかどうかを判定するために分析領域について吸収スペクトルを得、このスペクトルとデータベースとを比較する。この場合、前記選択波長における分析試料の吸収スペクトルの強度（分析強度）の標準平均強度に対する偏差（分析偏差）を求める。この場合、分析偏差がデータベース化された標準偏差
- 20 （ σ ）に基づいて決められる許容値（例えば σ 、 2σ または 3σ ）の範囲内かどうかを判定し、範囲内であれば合格、範囲外であれば不合格とすることができる。

- 分析試料は1個だけ採取して分析を行ってもよく、複数個採取して分析を行ってもよい。後者の場合、個々にデータベースと比較してもよいが、選択波長について平均強度を求め、これを標準平均強度と比較することができる。また標準試
- 25 料について微分処理した吸収スペクトルについて標準平均強度および標準偏差を求めてデータベース化した場合には、分析試料の吸収スペクトルについても微分処理（2次微分処理を含む）した吸収スペクトルについて強度を比較する。

 上記のように分析試料の吸収スペクトルの強度とデータベースとを比較し、分析領域に含まれる評価領域における吸収スペクトルの分析偏差が許容値例えば3

σ の範囲内であれば合格品、範囲外であれば不合格品と判定することができる。

評価領域は分析領域と同じであってもよいが、一部であってもよい。例えば分析領域として可視光領域から近赤外領域にわたって吸収スペクトルを得る場合でも、可視光領域は評価対象とせず、近赤外領域のみを評価対象とすることができる。

- 5 評価領域における評価の仕方は任意に決めることができる。例えば特定の波長について1回の範囲外の発生でも不合格にしてもよく、また複数の分析試料について測定し、範囲外の発生率が所定%以上のときに不合格にするなど、分析の目的に応じて決めることができる。範囲内か範囲外かの判定は吸収スペクトルの強度と許容値を単独に比較するだけでもよいが、偏差値等の等価の数値を求めてそれ
- 10 をデータベースと比較してもよい。

- 吸収スペクトルの吸収ピークは分析試料の組成、物性等の情報を表しているから、許容値の範囲外の強度を示す波長を含む場合、範囲外の強度（分析偏差）を示す波長を予めデータベース化した製造情報と対比して制御データを得、得られた制御データを製造工程に入力して許容値の範囲内の製品を得られるように製造
- 15 工程の制御を行うことができる。例えば許容値の範囲外の波長が特定の成分に関するものである場合、その波長の強度が許容値の範囲外であるということはその成分が標準値より多いか少ないかを示している。従ってその場合にはその成分量を減少させるか、あるいは増加させるような制御データを製造工程に入力して、許容値の範囲内の吸収スペクトルが得られよう製造工程を制御することができ
- 20 る。また不要な副生物が生成する場合も、その副生物の量が許容値を越える場合に、その副生物が生成しない条件とするための制御データを得、これを製造工程に入力することができる。製品の物性、その他の条件の場合も同様である。

- 上記のような製造情報は予めデータベースとしてコンピュータに入力しておく。
- 近赤外吸収スペクトルの吸収ピークは組成、物性等の種々の製造条件の情報を表
- 25 示している。吸収スペクトルは種々の条件を複合的に表示しているが、特定の条件、例えば特定の成分の情報も複数の吸収ピークの組合せとして表示される。これらの吸収ピークの波長につき、制御データをデータベース化しておくと、分析試料について許容値の範囲外の異常ピークが得られた場合に、その異常ピークの波長をデータベースと比較すると、どの製造条件に関する異常であるかが判定で

きる。この場合どの製造条件かとともに、正常に戻すための制御データを入力しておくと、そのまま制御データを製造工程に入力して製造工程を正常に復帰させることができる。

上記の近赤外吸収分析方法および製造制御方法では、分析試料の構成成分、物性等の個々の分析または制御要素について検量線を作成してそれぞれを定量する必要はなく、分析領域の選択波長についてその吸光度をデータベースと比較して許容値の範囲内か範囲外かの判定をするだけで、合格または不合格の判定をすることができ、またその結果に基づいて制御を行うことにより製造工程を正常に復帰させることができる。この場合、個々の成分、物性等定量を行う必要がないので分析または制御のための操作が簡素化するとともに、精度が問題となる検量線を用いないので、分析精度は高くなり、検量線の補正も不要となる。標準試料としては従来的一般分析法により合格品とされたものを用いることにより、分析精度を高くすることができ、データベースの補完はなくてもよいが、さらに多くの標準試料についてデータベース化することにより分析精度を高くすることが可能である。

上記の近赤外吸収分析方法によれば、標準試料の近赤外吸収スペクトルの選択波長の強度の平均値及び標準偏差をデータベース化し、分析試料の吸収スペクトルをデータベースと比較するようにしたので、検量線を用いることなく、簡単な方法により精度よく分析を行うことができる。

本発明の製造制御方法によれば、上記により得られる分析結果に基づいて、簡単な操作により精度よく製造工程の制御を行うことができる。

図面の簡単な説明

- 図 1 は実施形態の近赤外吸収分析方法および制御方法を示すフロー図である。
- 図 2 は実施例 1 における標準試料の近赤外吸収スペクトルである。
- 図 3 は実施例 1 における標準試料の 2 次微分スペクトルである。
- 図 4 は実施例 1 の正常状態における分析試料の 2 次微分スペクトルである。
- 図 5 は実施例 1 の異常発生状態における分析試料の 2 次微分スペクトルである。
- 図 6 は原料 A の 2 次微分スペクトルである。

図 7 は原料 B の 2 次微分スペクトルである。

図 8 は原料 C の 2 次微分スペクトルである。

図 9 は実施例 2 の正常状態における分析試料の 2 次微分スペクトルである。

図 10 は実施例 2 の異常発生状態における分析試料の 2 次微分スペクトルであ

5 る。

図 11 は実施例 3 の正常状態における分析試料の 2 次微分スペクトルである。

図 12 は実施例 3 の異常発生状態における分析試料の 2 次微分スペクトルであ
る。

10 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を図面により説明する。

図 1 は実施形態の製造制御方法を示すフロー図であり、(A) はデータベース化
工程、(B) は制御工程を示す。

図 1 (A) のデータベース化工程では、まずステップ 1 において近赤外吸収分
析装置の点検を行う。ステップ 2 において複数の標準試料の測定を行って、それ
15 ぞれの標準試料の可視光から近赤外領域に至る分析領域の吸収スペクトルを得、
ステップ 3 においてそれぞれのスペクトルをコンピュータに取り込む。コンピュ
ータではステップ 4 において選択波長ごとにデータ処理を行って平均強度および
標準偏差を求め、これらを記憶してデータベース化する。このデータベース化は
20 製品の銘柄等の種類ごとにそれぞれ複数の標準試料について測定を行い、それぞ
れの種類毎のデータベースとして保存する。次にステップ 5 において選択波長に
対応する製造情報をデータベース化する。製造情報としては成分や副生物の近赤
外吸収スペクトル特性の変化によるスペクトルの変化の情報、ならびに制御デー
タ等を入力することができる。

25 図 1 (B) の制御工程では、まずステップ 11 において近赤外吸収分析装置の
点検を行う。そしてステップ 12 において、製造工程から採取した分析試料の分
析領域における吸光スペクトルを測定し、ステップ 13 においてデータベースと
比較し、標準平均強度との偏差 (分析偏差) を求める。そしてその分析偏差がデ
ータベース化された標準偏差から決められる許容値の範囲内のとき正常、範囲外

のとき異常と判定する。この場合、分析試料ごとに測定しデータベースと比較してもよいが、製造工程から同時または間隔をおいて複数の分析試料を採取して測定し、測定値を平均化してデータベースと比較してもよい。ステップ14において正常と判定された場合、すなわち吸収スペクトルの特定の選択波長における強度がデータベース化された許容値、例えば3 σ の範囲内と判定された場合は、ステップ15としてプラントアクションなし、すなわち制御操作を行わないでそのままの条件で製造を継続する。

ステップ14で正常でないと判定された場合、すなわち吸収スペクトルの選択波長における強度がデータベース化された許容値、例えば3 σ の範囲外と判定された場合は、ステップ16においてその異常を示す波長を検出する。そしてステップ17においてその波長と製造情報を対比して、その波長が帰属する成分、物性等の制御要素が何であるかを判定する。さらにその異常強度が許容値の範囲より大きいのか、小さいかを判定し、ステップ18において正常に戻すための制御データを得、制御信号を発生する。この制御信号はステップ19として製造工程に入力し、制御操作としてプラントアクションを行い、許容値内の製品が得られるように制御を行う。この場合、制御操作は一度に行ってもよく、小刻みに何度も行ってもよく、また継続して行ってもよい。そして正常値に復帰した後はそのままの条件で製造を継続してもよく、また条件を元に戻してもよく、それぞれの制御データによって決定する。

上記の工程において、選択波長の間隔は10 nm以下、好ましくは2 nm以下とすることができる。近赤外の波長領域は800 nm～2500 nmであり、1 nm刻みで、説明変数が1700個、2 nm刻み説明変数が850個、10 nm刻みで170個存在する。例えば800 nm～2500 nmの波長領域を2 nmで分割した場合は、選択波長すなわち説明変数が850個存在することになる。本発明ではこのような選択波長における複数の標準試料の吸収スペクトルを平均化し、標準偏差を求めてデータベース化する。

標準試料のデータベース化は次のように行われる。

(各波長領域の標準偏差のデータベース化)

$$\text{標準偏差} : \sigma_i = \{(1/N-1) \sum (X_i - \mu_i)^2\}^{1/2}$$

N : 測定回数

X_i : 各波長の強度

μ_i : 各波長のN回の平均強度 (標準平均強度)

σ_i : 各波長の標準偏差

- 5 (波長につする σ_i 、 μ_i をデータベース化)

$\sigma_1 \quad \sigma_2 \quad \sigma_3 \quad \sigma_4 \quad \cdots \sigma_n$

$\mu_1 \quad \mu_2 \quad \mu_3 \quad \mu_4 \quad \cdots \mu_n$

製造工程中から得られる分析試料の各波長における測定値の平均値とデータベースを対比する場合は次のように行われる。

- 10 分析偏差 : $X_i - \mu_i$ ($i : 1, 2, 3, \cdots n$)

N回測定した各波長の平均強度(分析平均強度) : x_i

$x_1, x_2, x_3, \cdots x_n$

データベース上の標準平均強度 : μ_i

分析平均強度と標準平均強度の比較(分析偏差) : $x_i - \mu_i$

- 15 $x_1 - \mu_1, x_2 - \mu_2, x_3 - \mu_3, \cdots x_n - \mu_n$

$x_i - \mu_i$ を σ_i で除する $(x_i - \mu_i) / \sigma_i$

分析偏差と許容値の比較

許容値が σ の場合 : $1 \geq (x_i - \mu_i) / \sigma_i$

許容値が 2σ の場合 : $2 \geq (x_i - \mu_i) / \sigma_i$

- 20 許容値が 3σ の場合 : $3 \geq (x_i - \mu_i) / \sigma_i$

許容値が 4σ の場合 : $4 \geq (x_i - \mu_i) / \sigma_i$

分子を構成する原子は対象伸縮振動、非対称伸縮振動、偏角振動をしている。

この振動と振動数の同じ光が分子に照射されると、光の一部は分子に吸収され、基底状態から、励起状態となる。励起された原子は赤外領域の吸収の倍音が近赤
25 外領域で観察される。従って近赤外吸収波長には化学的帰属性があり、目的成分に
応じて波長を選択できる。しかし、2成分系の試料は希で、殆どは多成分が混在、
若しくは反応、重合して別の形態に変化しているのが一般的である。

吸収波長の化学的帰属性については、官能基に帰属する波長領域はすでに知られているので、これに基づき原料、反応生成物の特徴的な官能基の波長領域をデ

データベース化する。官能基の波長領域の一例を以下に示す。

5	OH	第一倍音	1 3 4 5 ~ 1 5 5 0 nm
		第二倍音	9 1 0 ~ 1 0 3 3 nm
	NH	第一倍音	1 4 1 5 ~ 1 5 1 6 nm
		第二倍音	9 4 3 ~ 1 0 1 0 nm
	CH (脂肪族)	第一倍音	1 6 8 0 ~ 1 7 6 0 nm
		第二倍音	1 1 2 0 ~ 1 1 7 3 nm
10	CH (芳香族)	第一倍音	1 6 1 5 ~ 1 6 6 5 nm
		第二倍音	1 0 7 7 ~ 1 1 1 1 nm

- 上記実施形態では反応系の生成物を近赤外計で測定したスペクトルを微分処理し、800 nm ~ 2500 nmの波長領域の2次微分処理した。平均スペクトルをデータベースの平均スペクトルと比較して、所定の標準偏差をプラス・マイナスに外れた波長、波長領域について、官能基のデータベースと比較する。原料、反応生成物等を特定して、コンピュータを介し、所定の標準偏差の範囲内であるようにプラントを制御する。

- 近赤外計の測定で得られたスペクトルの吸光度は、温度、水分流速等の状況でスペクトルのベースが変動することが判っている。このことは、得られたスペクトルをそのまま用いることは、ベース変動（吸光度変化）により吸光度の値が変化することであり、測定結果に大きく影響を与える。このベースラインの変動の影響を小さく、このスペクトルを微分処理することにより、安定した吸収スペクトル強度を得る事が出来る。

- スペクトルを微分処理することは、高周波であるノイズを増幅（強調）して、あたかも近赤外の情報として誤って利用することとなる。従って、ノイズレベルは吸光度単位で 50×10^{-6} 以下であることが近赤外計の性能としては、必要条件である。

シグマ判別法は生産中のプロダクトが過去、正規品として製造された銘柄と同一の製品であるかを判別する手法であり、同一品であれば99.7%の確率で3 σ に収束する統計解析法である。正規品と確認された各銘柄の近赤外スペクトルの微分したサンプル20ないし30点をデータベースにして、生産品中のプロダ

クトを比較する。800～2500nmの波長領域において、ベースとなる標準スペクトルの標準偏差(σ)の3倍、 3σ の範囲から外れる場合は異常と判断する。

上記の制御は近赤外計、近赤外計制御用コンピュータとデータ解析用コンピュータより構成される近赤外システムで、一定間隔で測定された近赤外スペクトルを制御用コンピュータを介し、または直接データ解析用コンピュータに取り込み微分処理を行い、定量値、 3σ 値を同時もしくは、どちらか一方をCRTに表示する。

以下、本発明の実施例について説明する。

10

実施例 1

実施例 1 はポリオレフィン樹脂の製造制御の例である。この製造工程は4-メチルペンテン-1を含むオレフィンモノマーを触媒の存在下に重合させてポリオレフィン樹脂を製造する工程である。

15 図 2 は一般分析法により合格品と判定された製品からなる標準試料の近赤外吸収スペクトルであり、(A) は吸光度の原スペクトル、(B) はこれを2次微分した2次微分スペクトルである。原スペクトル (A) はベースラインが長波長側で上昇して右上がりとなり、複数のピークが重なって表示されているのに対し、2次微分スペクトル (B) はベースラインがフラット化して水平方向となり、吸収
20 ピークが顕著に表示されることがわかる。図 3 は複数個 (実施例では20個) の標準試料を測定した2次微分スペクトルの変動幅を示す。図 4 は図 1 および図 2 で得られた2次微分スペクトルをデータ処理して2nm間隔の選択波長の強度の平均値および標準偏差を求めてデータベース化し、平均値を横方向の0.000の線とし、標準偏差 σ の3倍の 3σ を ± 3.000 の線とし、製造工程から採取
25 した複数 (3個) の分析試料の2次微分スペクトルを表示した。図 4 は製造工程が正常に運転されている例を示し、850nm～2500nmのスペクトルは分析試料の組成、物性等の製品情報を含んでいる。各分析試料の850nm～2500nmのスペクトルの各ピークは 3σ の範囲内にあり、許容値の範囲内であることを示している。850nm未満のスペクトルは可視光領域であって分析試料

の色の情報に関するものであり、これは 3σ の範囲外でも許容される。

- 図5は異常値を示す運転例であり、図4と同様に製造工程から採取した分析試料について2次微分スペクトルを表示したものである。850nm~2500nmのスペクトルの多くのピークが 3σ の範囲外にあり異常値を示している。図6は原料Aの2次微分スペクトル、図7は原料Bの2次微分スペクトル、図8は原料(C)の2次微分スペクトルを示し、これらのスペクトルは製造情報としてデータベース化されている。図5における 3σ を外れたピークの1726nmおよび2303nmの波長に着目して製造情報のデータベースと比較すると、図7の成分(B)のピークと一致し、成分(B)が過剰であることが判明した。そこで成分(B)を少なくするような制御信号を出すことにより、正常状態に復帰した。 3σ を外れたピークが不純物に基因するときはその不純物を減少させるような制御信号を出すことにより制御可能であった。

実施例2

- 15 実施例2はポリエステル樹脂の製造制御例である。この製造工程はテレフタル酸を主体とする2価カルボン酸と、エチレングリコールを主体とする2価アルコールとを反応させるエステル化工程および縮合工程を経てポリエチレンテレフタレート等のポリエステルを製造する工程である。図9は一般分析法により合格品と判定された複数個の製品からなる近赤外スペクトルを二次微分したスペクトルをベースにして、ポリエステル樹脂を 3σ を閾値として判別した例であり、製造工程が正常に運転されている例を示す。近赤外領域において 3σ の領域を外れた波長域はなく、合格品と同等な製品と判断出来る。

- 図10は一般分析法により合格品と判定された複数個の製品からなる近赤外スペクトルを二次微分したスペクトルをベースにして、ポリエステル樹脂を 3σ を閾値として判別した例であり、異常値を示す運転例である。近赤外領域において 3σ の領域を外れた波長(2034nm)が確認できる。2034nmの吸収は色相に影響を与える特性吸収波長である。 $\pm 3\sigma$ の閾値を外れると安定剤の供給量を変更する運転操作をした。同様に、ポリエステル中のジエチレングリコール成分は1224nm付近に特性吸収波長があり、 $\pm 3\sigma$ の閾値を外れると重縮合

条件を変更し生成するジエチレングリコール（自生）を増減させる運転をすることにより、正常に復帰した。この場合、 -3σ を越えると重縮合条件を変更するか、ジエチレングリコールモノマーを添加する運転を行う必要があった。

- 同様に、IV値（Inherent Viscosity）は $1710\text{nm} \sim 1538\text{nm}$ に特性吸収波長があり、 $+3\sigma$ を越える（IV値）と重合器内のレベルを下げる運転をするか、加熱ガス（不活性）の流量を下げる運転をするか、固相重合の予熱相の温度を下げる運転をし、逆に、 -3σ を越えると上記の逆の運転を行う必要があった。

10 実施例 3

実施例 3 はフェノール類の製造工程の制御例である。

- フェノール類製造工程には開裂工程があり、この開裂工程はヒドロペルオキシドを有機溶媒中で低濃度の酸類を使用して開裂反応でフェノール類を製造する工程である。ここでの管理項目は残留ヒドロペルオキシド、硫酸、水分、フェノール、
- 15 ル、ハイドロキノン等の濃度であり、これらは次の特性に相関性を有する。

残留ヒドロペルオキシド：反応効率、安全

水分：収率、反応速度

硫酸：収率、安全

フェノール：収率、反応効率

- 20 図 1 1 は一般分析法により運転管理幅内と判定された複数の開裂工程プロダクトからなる近赤外スペクトルを二次微分したスペクトルをベースにして、開裂工程プロダクトを 3σ を閾値として判別した例であり、正常な運転例を示す。近赤外領域において 3σ の領域を外れた波長域はなく、正常な運転状態と判断できる。

- 25 図 1 2 は一般分析法により運転管理幅外と判定された複数の開裂工程のプロダクトからなる近赤外スペクトルを二次微分したスペクトルをベースにして、開裂工程プロダクトを 3σ を閾値として判別した例であり、異常が発生した例を示す。近赤外領域において 3σ の領域を外れた波長（ 1978nm ）が確認できる。 1978nm の吸収はヒドロペルオキシドの特性吸収波長である。 $\pm 3\sigma$ の閾値

を外れると硫酸の供給量を変更する運転操作をすることにより正常に復帰することができた。同様に、硫酸は2036nm、水分は1900nm、1400nm、フェノールは1930nmであり、これらの値が上記閾値を外れる場合に、それぞれの供給量を変えることにより、正常に復帰することができた。

5

産業上の利用可能性

化学品、食品、その他の製品を製造する工程において、原料、溶媒、水分、中間品、製品、副生品等から得られる分析試料を近赤外線吸収分析して、それらの成分、特性等の測定値を得、その測定値が所定値を維持するように制御を行うこ

10 とにより、製造工程を正常状態で運転するように制御する。

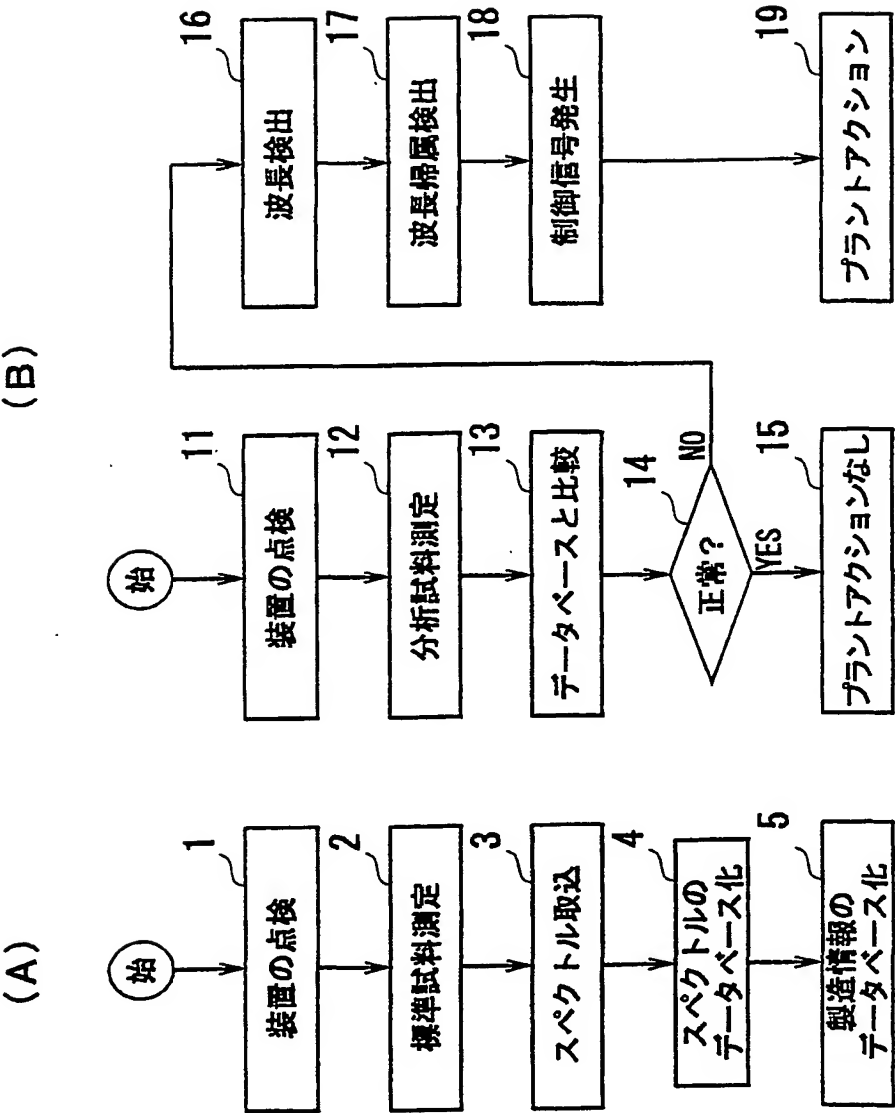
請求の範囲

1. 製造工程から得られる複数個の標準試料について近赤外領域を含む分析領域の吸収スペクトルを得、
上記分析領域に含まれるスペクトルから選択される選択波長について、標準試料の平均強度（標準平均強度）および標準偏差を算出してデータベース化し、
製造工程から得られる分析試料について上記分析領域の吸収スペクトルを得、
得られた吸収スペクトルをデータベースと比較し、
上記選択波長における分析試料の吸収スペクトルの強度（分析強度）の標準平均強度に対する偏差（分析偏差）を求め、
10 分析試料の吸収スペクトルの分析偏差が許容値の範囲外の分析強度を示す波長を含む場合、範囲外の分析偏差を示す波長を、予めデータベース化した製造情報と対比して制御データを得、
得られた制御データを製造工程に入力して許容値の範囲内の製品が得られるように制御する製造制御方法。
- 15 2. データベース化された製造情報が、選択波長に対応する成分情報である請求の範囲1記載の方法。
3. 分析強度の標準平均強度に対する偏差（分析偏差）が、データベース化された標準試料の標準偏差に基づいて決められる許容値の範囲内かどうかを判定する請求の範囲1または2記載の方法。
- 20 4. 分析領域が800nm～2500nmである請求の範囲1ないし3のいずれかに記載の方法。
5. 分析領域が400nm～2500nmである請求の範囲4記載の方法。
6. 選択波長の間隔が10nm以下である請求の範囲1ないし5のいずれかに記載の方法。
- 25 7. 選択波長の間隔が2nm以下である請求の範囲6記載の方法。
8. 吸収スペクトルが微分処理したものである請求の範囲1ないし7のいずれかに記載の方法。
9. 吸収スペクトルが2次微分処理したものである請求の範囲8記載の方法。
10. 複数の種類の標準試料をそれぞれ複数個用いて、種類ごとに標準平均

強度および標準偏差を算出してデータベース化する請求の範囲 1 ないし 9 のいずれかに記載の方法。

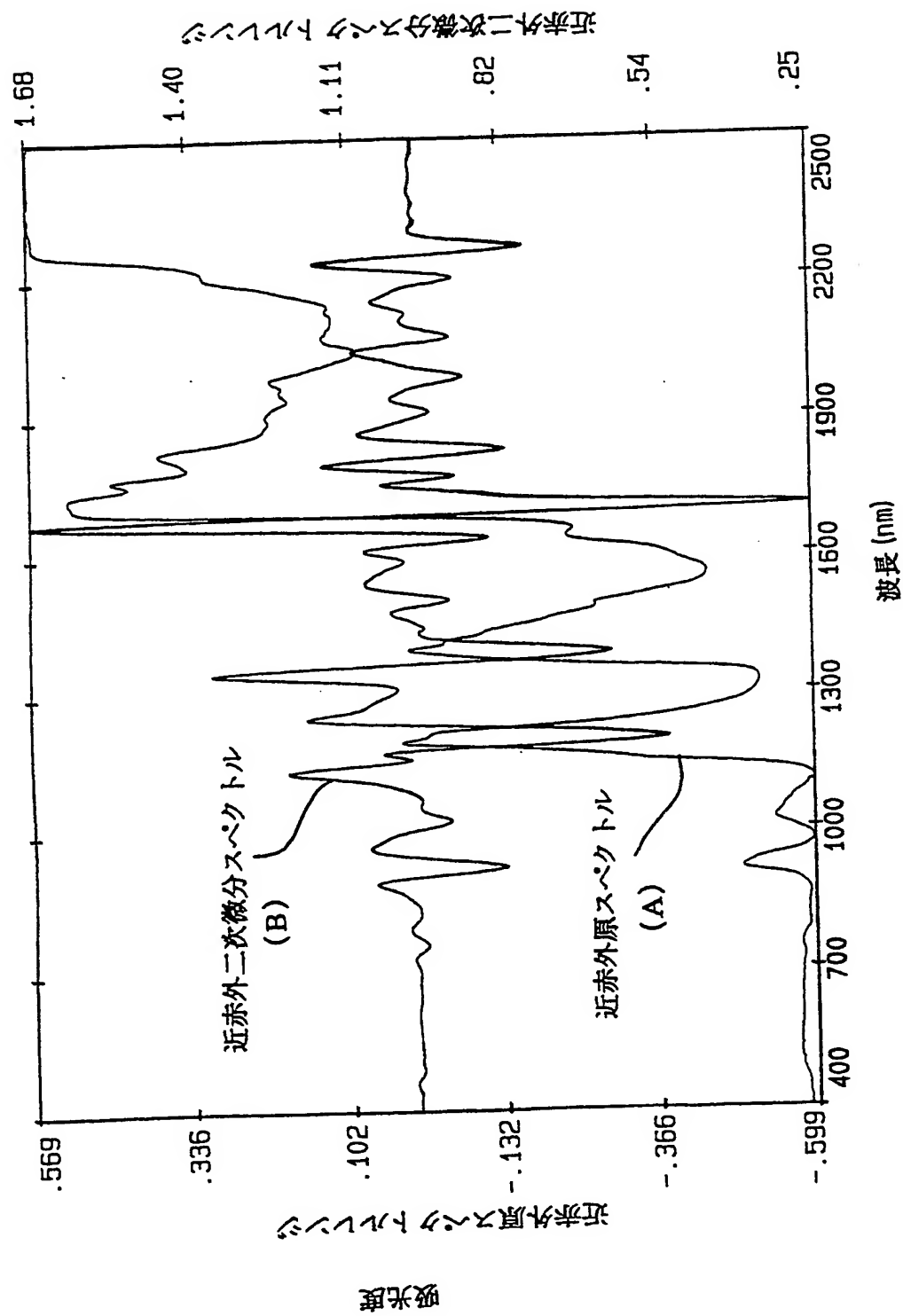
11. 複数の分析試料について吸収スペクトルを得、選択波長における分析試料の平均強度（分析平均強度）の標準平均強度に対する偏差を求める請求の範囲 1 ないし 10 のいずれかに記載の方法。

第 1 図



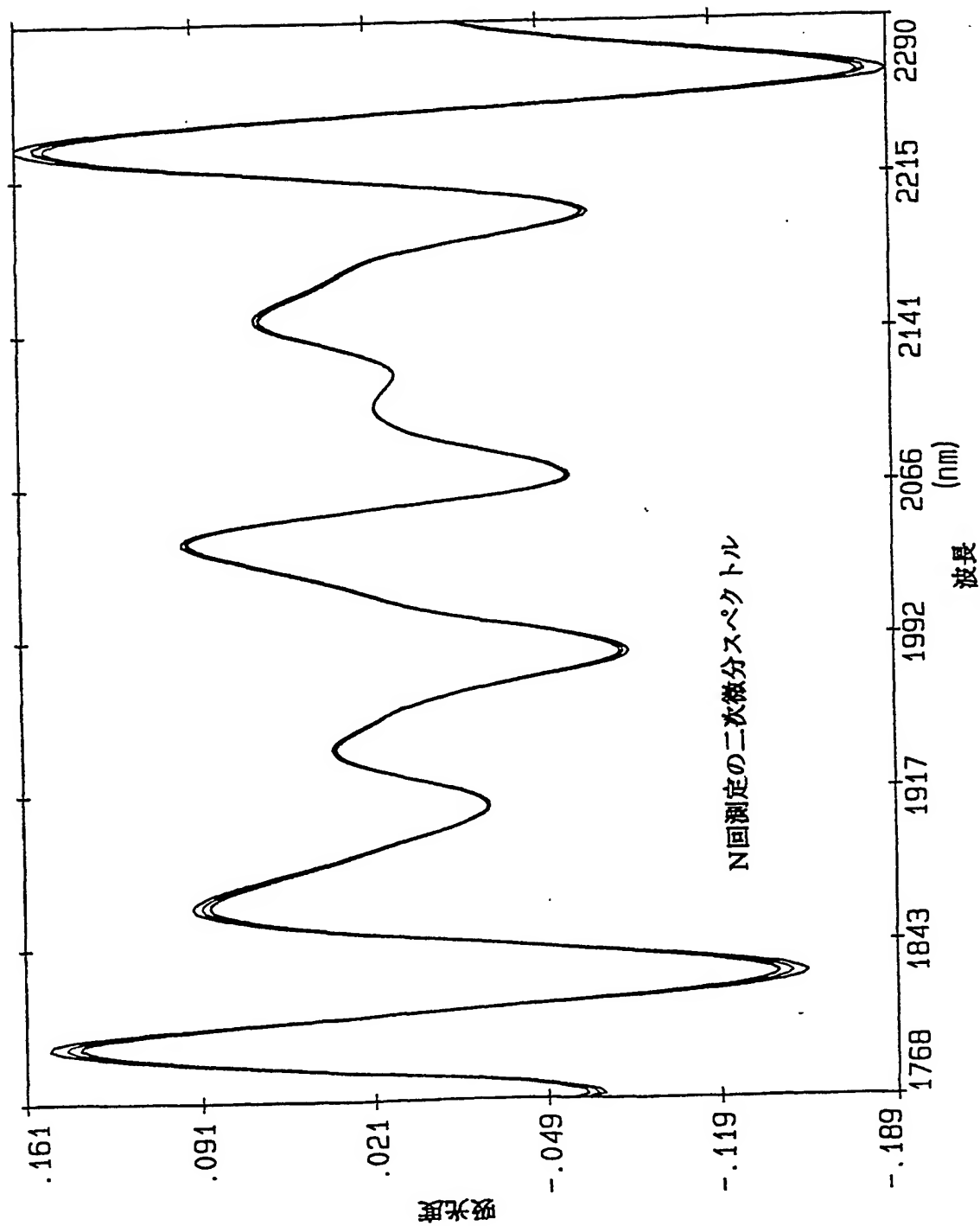
2 / 12

第2図



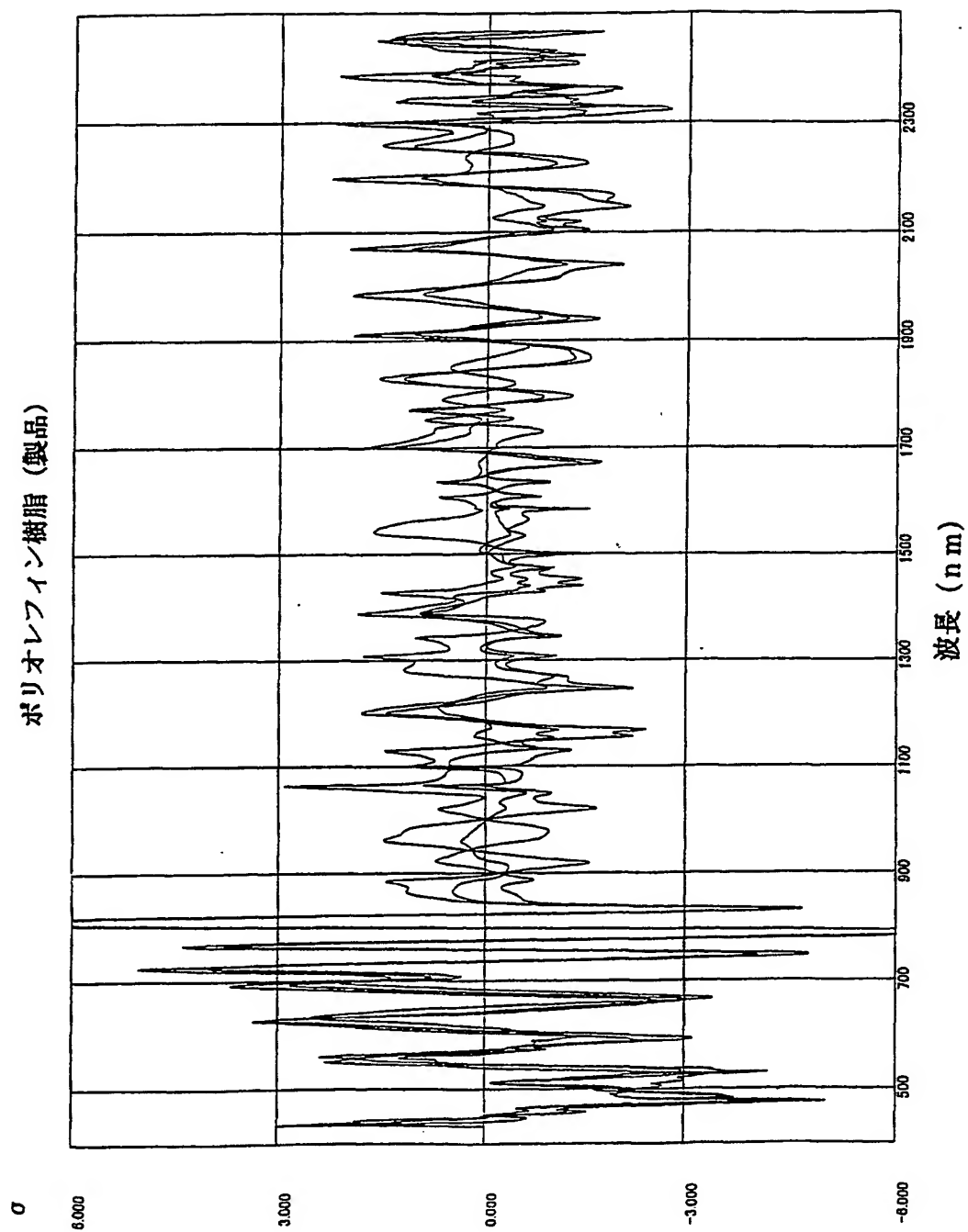
3 / 12

第3図



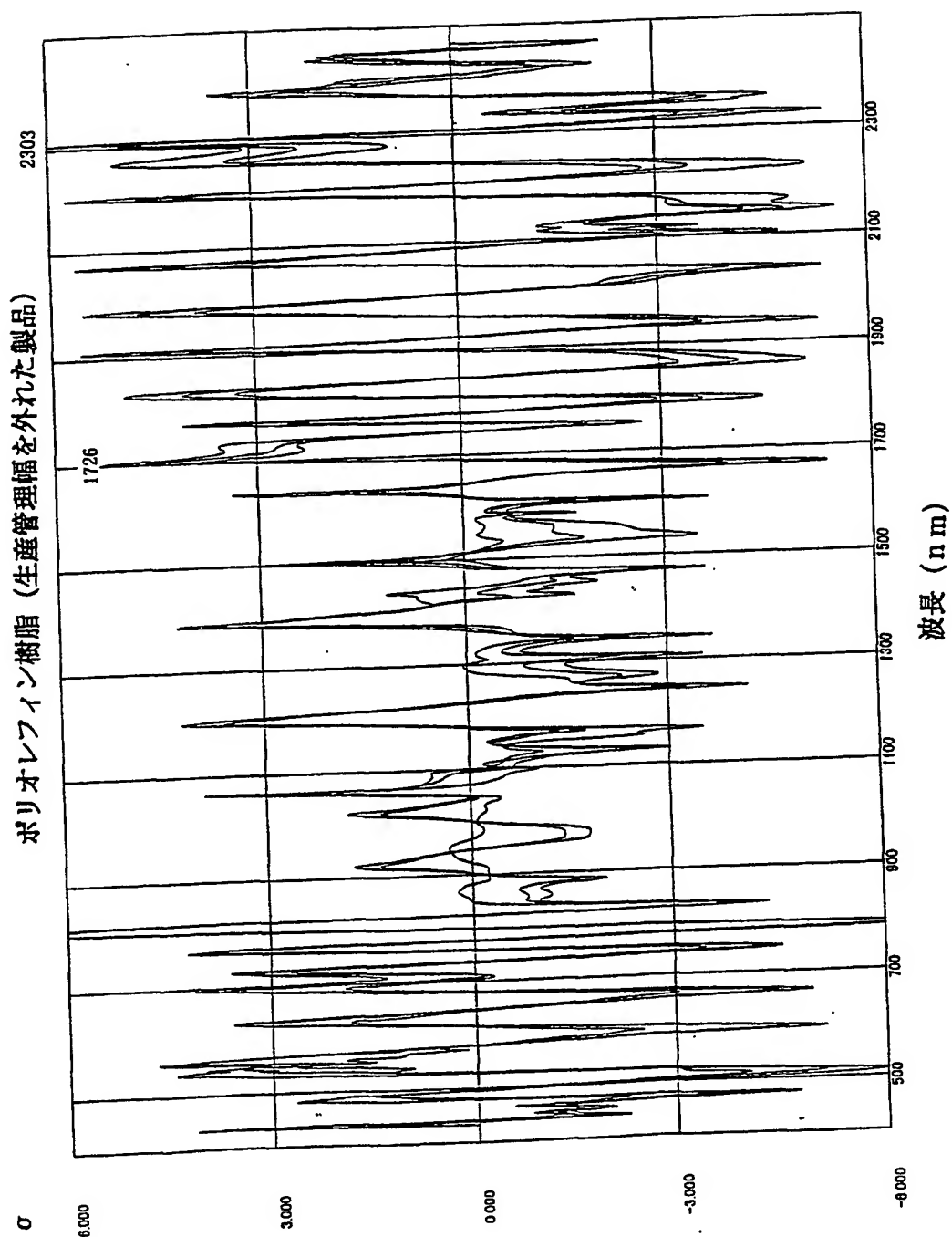
4/12

第4図



5/12

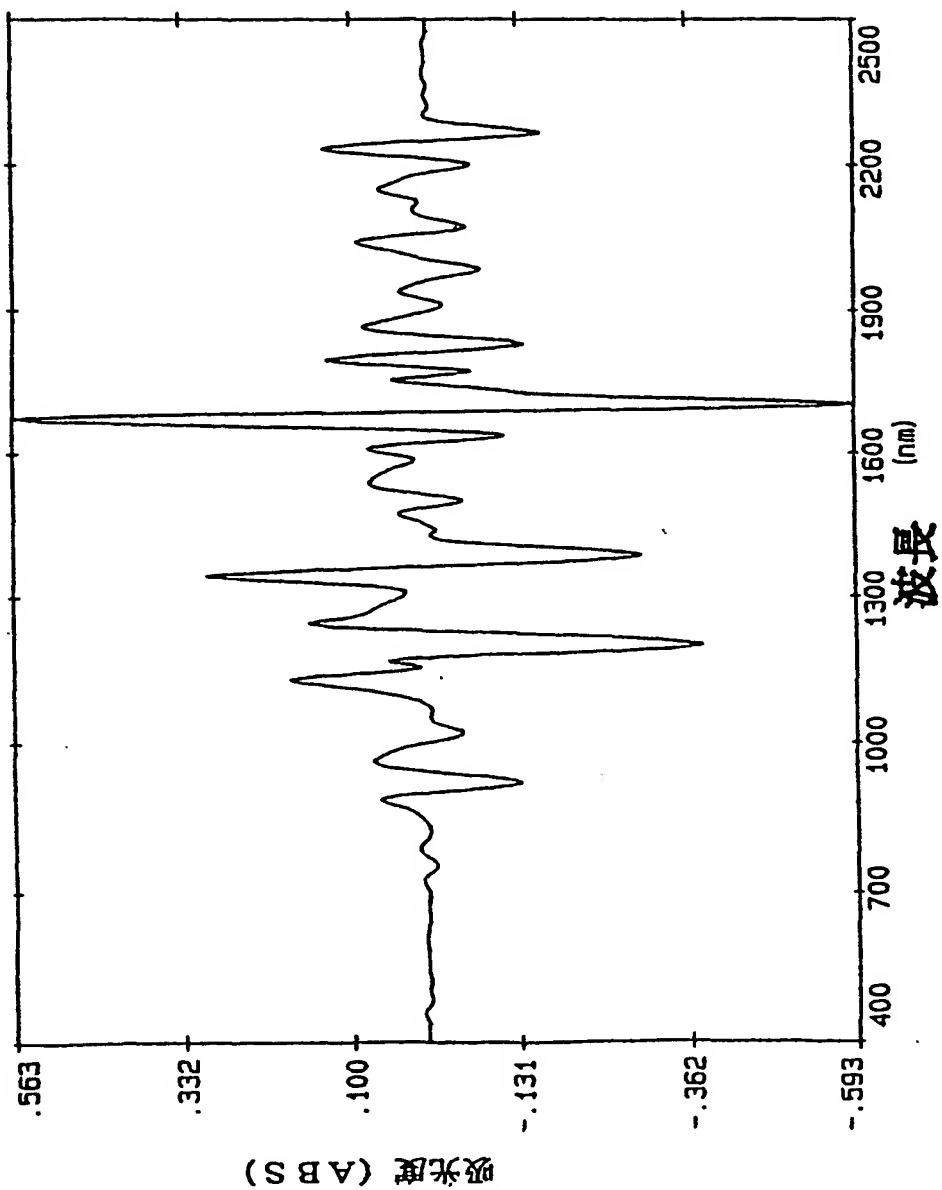
第5図



6/12

第6図

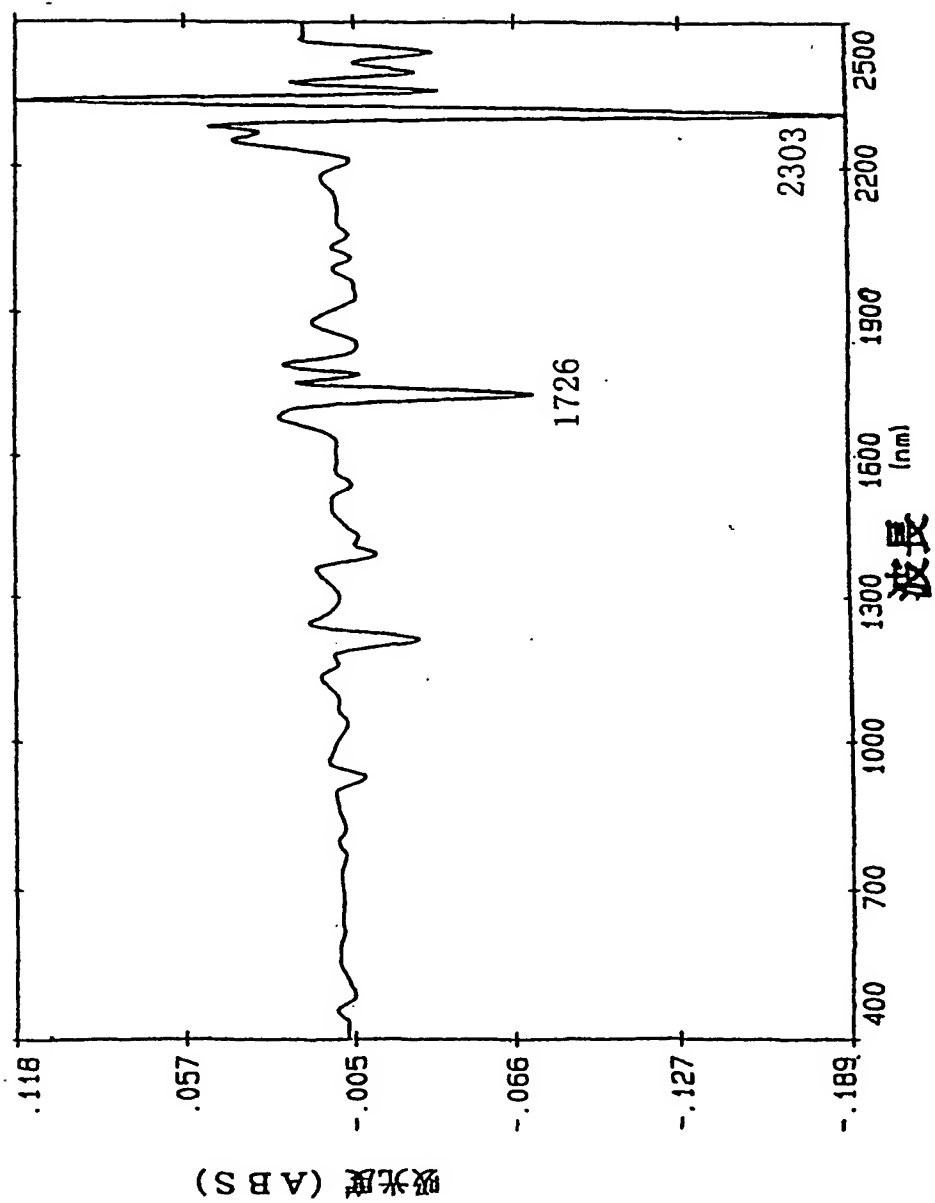
原料Aの2次微分スペクトル



7 / 12

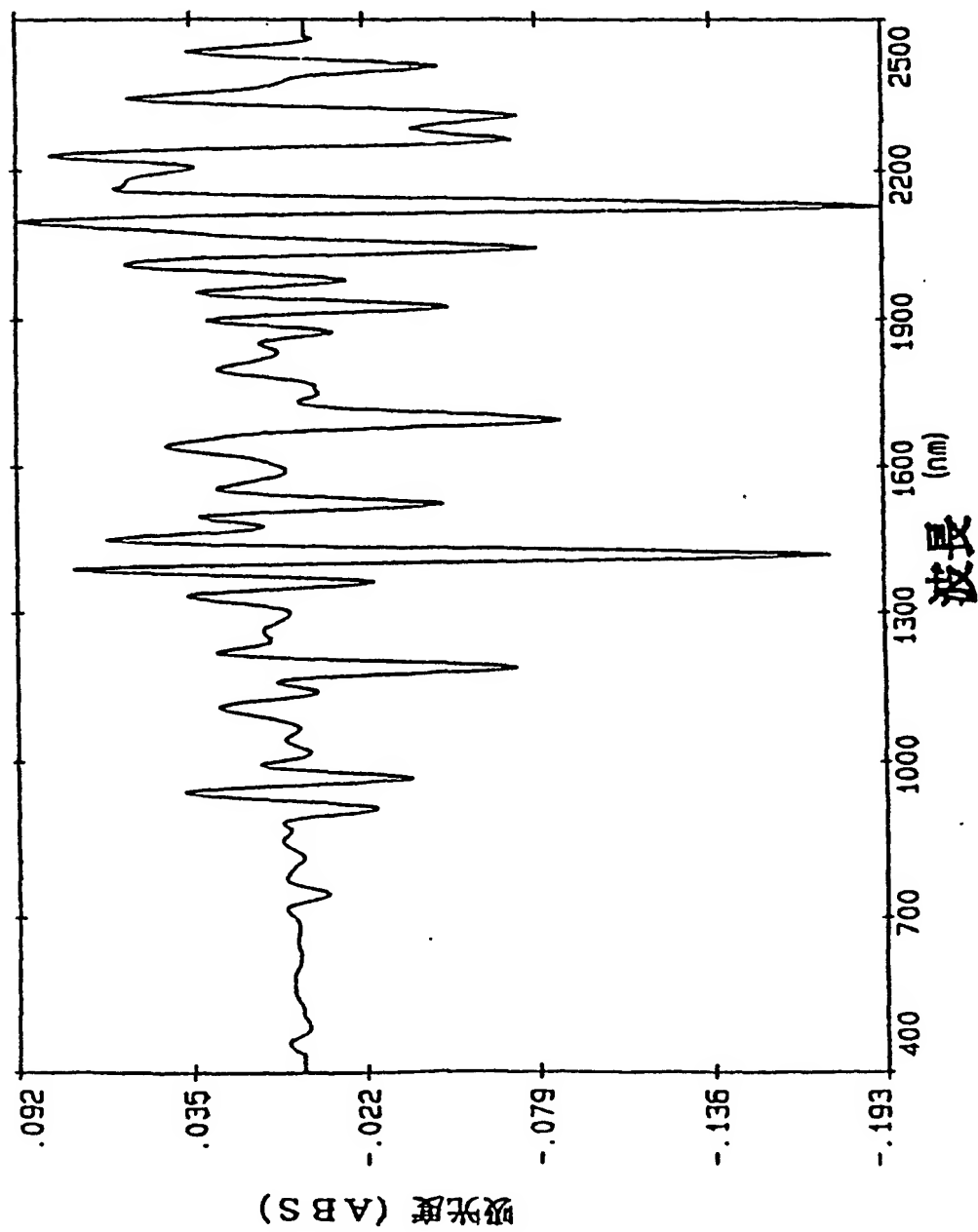
第7図

原料Bの2次微分スペクトル



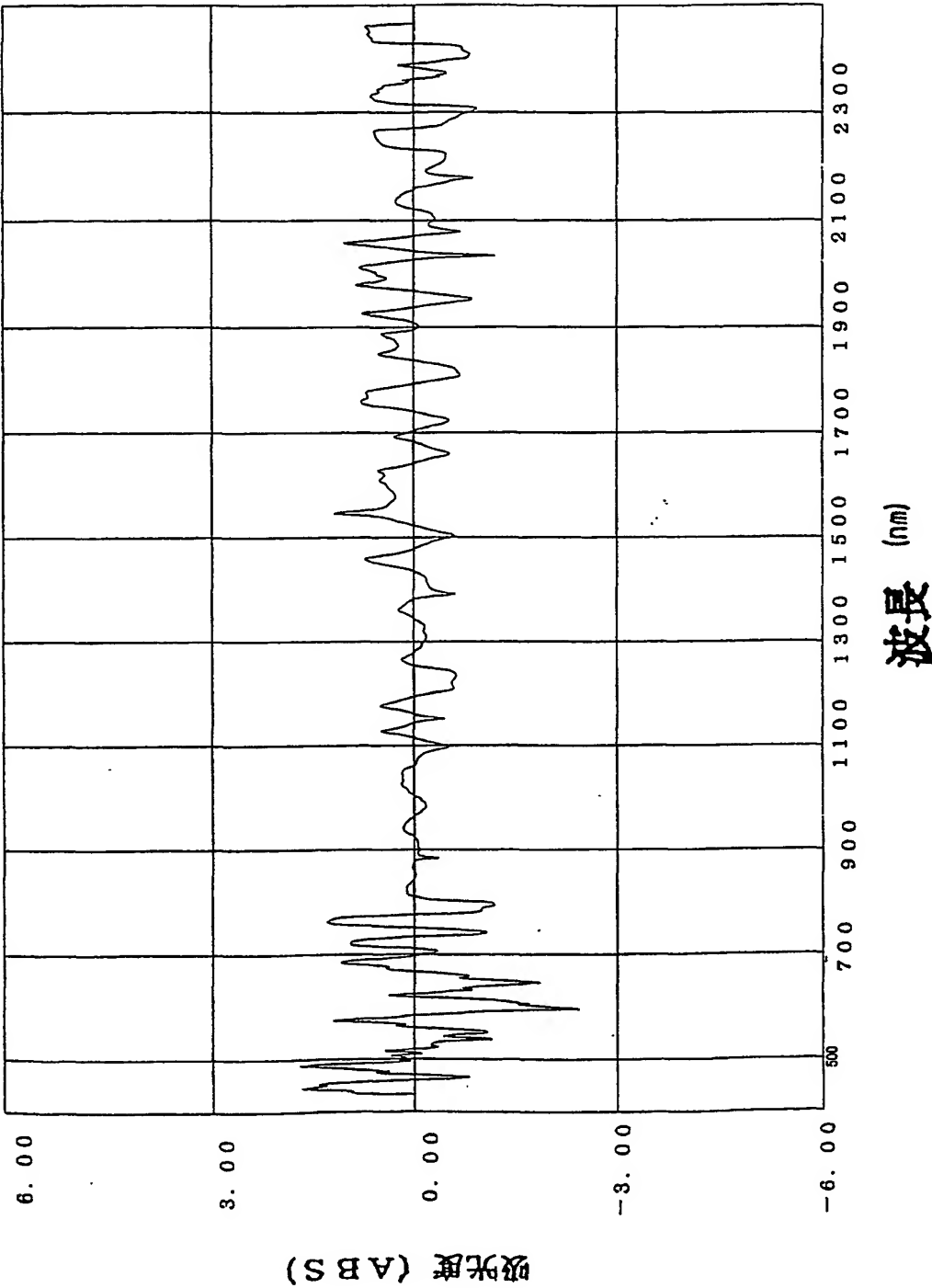
8/12

第8図
原料Cの2次微分スペクトル



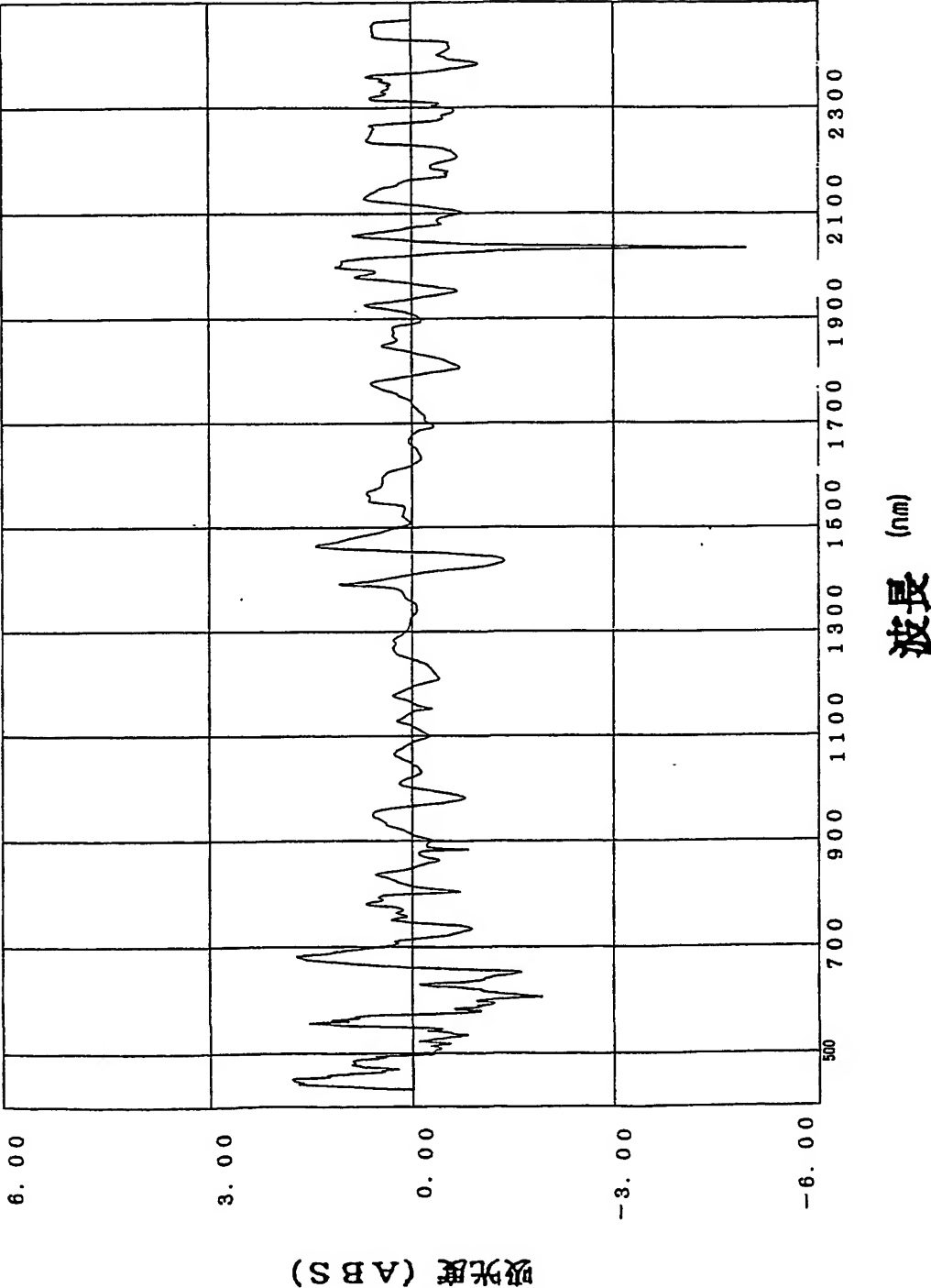
9 / 1 2

第 9 図



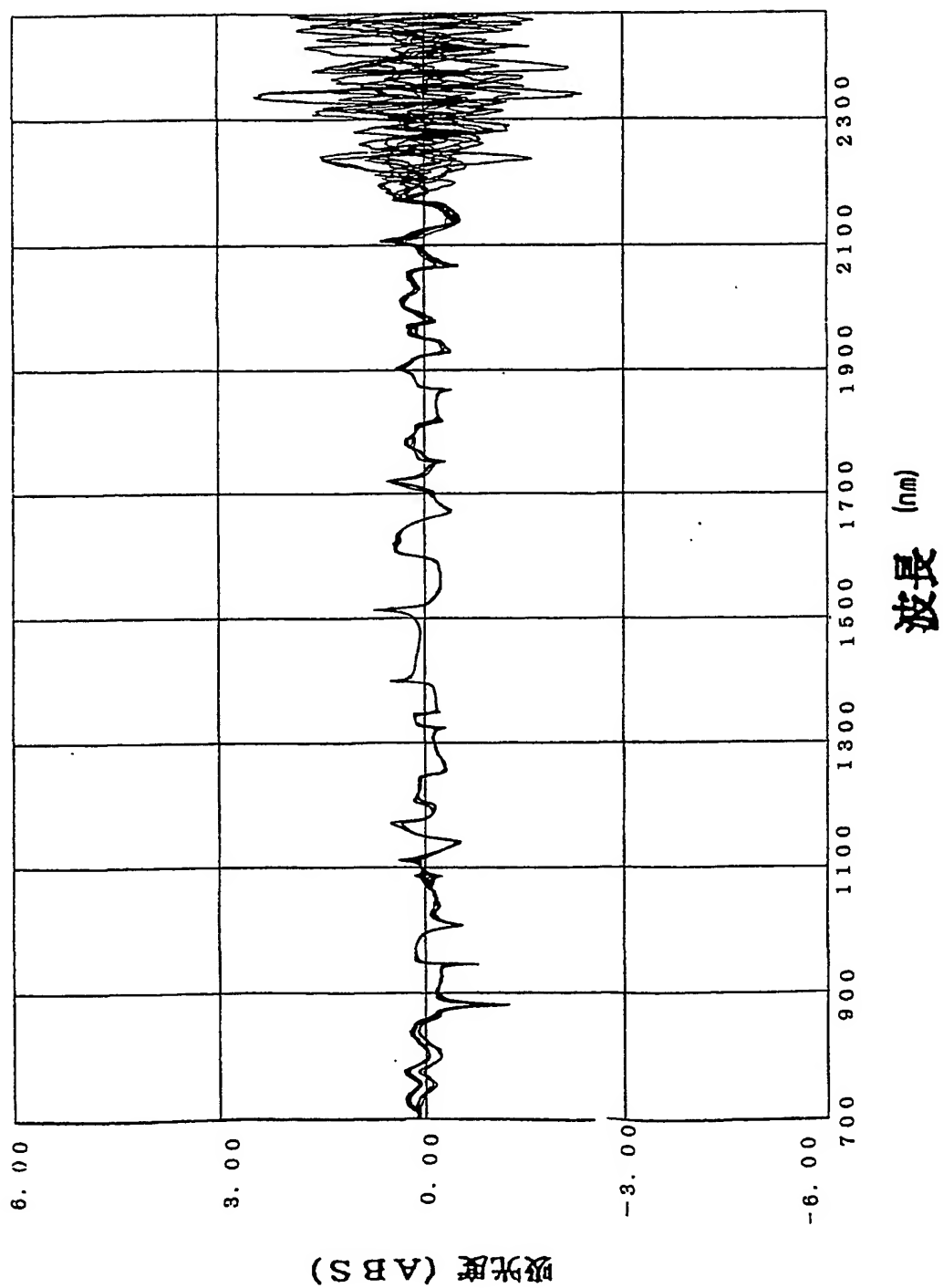
10/12

第10図



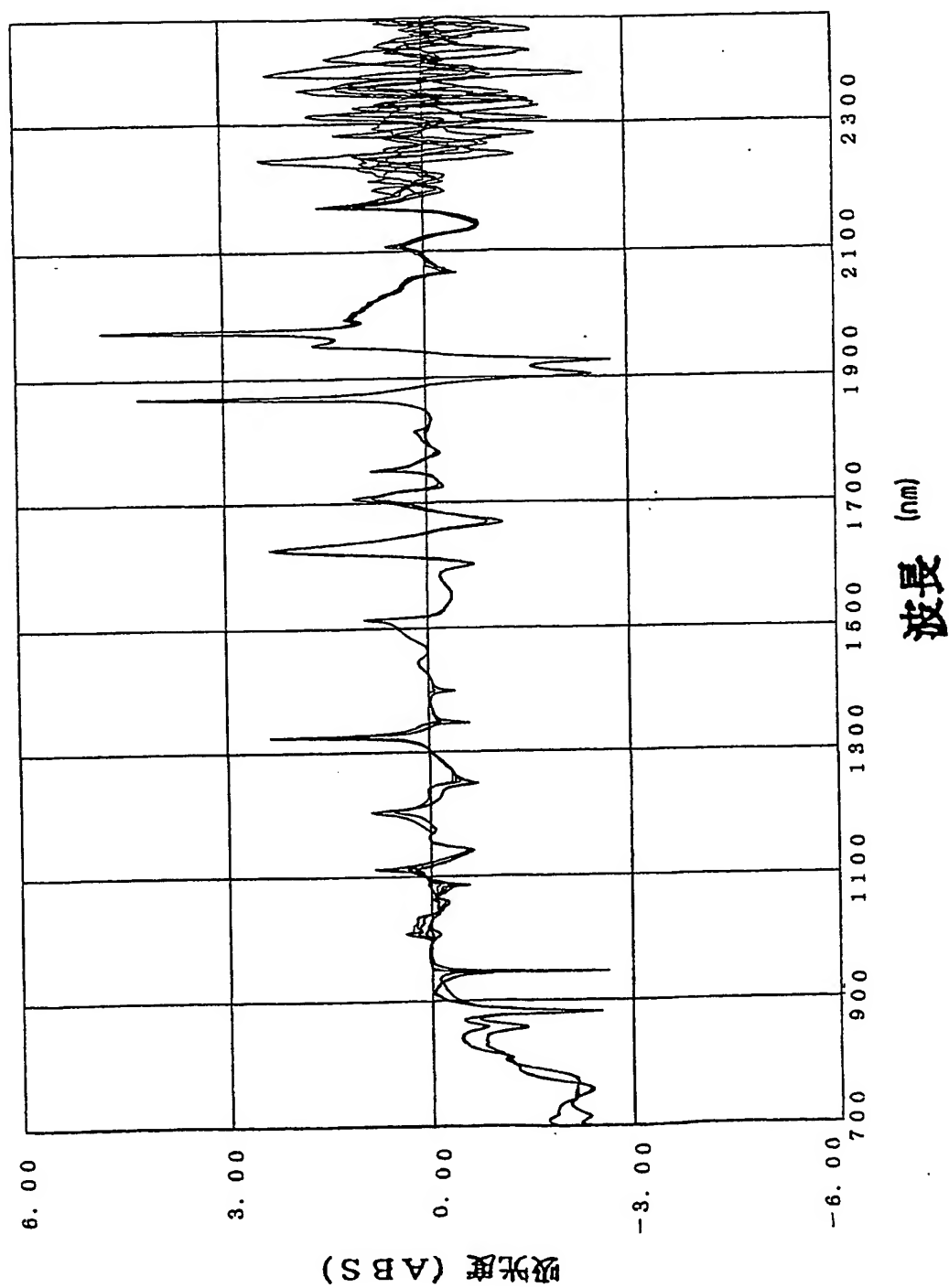
11/12

第11図



12/12

第12図



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. cl. G05B13/02 G01N1/00 G01N21/27 G01N21/35
G01J3/42 C08G63/78 C08F2/00 C07C37/08

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. cl. G05B13/02 G01N1/00-1/44 G01N21/27-35 G01J3/42
C08G63/00-63/91 C08F2/00-2/60 C07C37/00-08 C07C39/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922~1996年
日本国公開実用新案公報 1971~2001年
日本国登録実用新案公報 1994~2001年
日本国実用新案登録公報 1996~2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2000-140619 A (三井化学株式会社) 23. 5 月. 2000 (23. 05. 00), 【0009】-【0039】 【図2】 (ファミリーなし)	1-11
Y	JP 11-12211 A (三井化学株式会社) 19. 1月. 1 999 (19. 01. 99), 【0037】-【0051】 (ファ ミリーなし)	1-11

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

26. 10. 01

国際調査報告の発送日

06.11.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小川 恭司

電話番号 03-3581-1101 内線 3314

C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 6-274228 A (三菱電機株式会社) 30. 9月. 1 994 (30. 09. 94), 【0037】 - 【0038】 【図 1】 - 【図13】 (ファミリーなし)	1-11
Y	JP 6-259103 A (株式会社日立製作所) 16. 9月. 1994 (16. 09. 94), 【0025】 - 【0030】 【図 1】 - 【図23】 (ファミリーなし)	1-11
Y	WO 97/49977 A1 (ARCELIK A. S.) 3 1. 12月. 1997 (31. 12. 97), 第19頁5行目乃至 第22頁24行目 & JP 2000-513097 A, 第2 4頁26行目乃至第27頁29行目 & EP 909380 A	1-11

P C T

国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)
[PCT 18 条、PCT 規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 F 0 0 0 0 2 9	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/J P 0 1 / 0 6 7 2 4	国際出願日 (日.月.年) 0 6 . 0 8 . 0 1	優先日 (日.月.年) 0 7 . 0 8 . 0 0
出願人 (氏名又は名称) 三井化学株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条 (PCT 18 条) の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条 (PCT 規則38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06724

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl.⁷ G05B13/02, G01N1/00, G01N21/27, G01N21/35, G01J3/42,
C08F2/00 C07C37/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl.⁷ G05B13/02, G01N1/00-1/44, G01N21/27-35, G01J3/42, C08G63/00-63/91,
C08F2/00-2/60 C07C37/00-08 C07C39/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-140619 A (Mitsui Chemicals, Ltd.), 23 May, 2000 (23.05.00), Par. Nos. [0009] to [0039]; Fig. 2 (Family: none)	1-11
Y	JP 11-12211 A (Mitsui Chemicals, Ltd.), 19 January, 1999 (19.01.99), Par. Nos. [0037] to [0051] (Family: none)	1-11
Y	JP 6-274228 A (Mitsubishi Electric Corporation), 30 September, 1994 (30.09.94), Par. Nos. [0037] to [0038]; Figs. 1 to 13 (Family: none)	1-11
Y	JP 6-259103 A (Hitachi, Ltd.), 16 September, 1994 (16.09.94), Par. Nos. [0025] to [0030]; Figs. 1 to 23 (Family: none)	1-11
Y	WO 97/49977 A1 (Arcelik A.S.), 31 December, 1997 (31.12.97), page 19, line 5 to page 22, line 24 & JP 2000-513097 A page 24, line 26 to page 27, line 29 & EP 909380 A	1-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
26 October, 2001 (26.10.01)

Date of mailing of the international search report
06 November, 2001 (06.11.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.